

No title available.

Patent Number: ☐ FR2744136
Publication date: 1997-08-01
Inventor(s): LASSINCE PHILIPPE; VERDIER JEAN FRANCOIS; SAINFORT PIERRE; SHAHANI RAVI; RAYNAUD GUY MICHEL; SIGLI CHRISTOPHE
Applicant(s):: PECHINEY RHENALU (FR)
Requested Patent: ☐ WO9727343
Application Number: FR19960001103 19960125
Priority Number (s): FR19960001103 19960125
IPC Classification: C22C21/10 ; C22F1/053
EC Classification: C22C21/10, C22F1/053
Equivalents: CA2244148, DE69700330D, DE69700330T, DE876514T, ☐ EP0876514 (WO9727343), B1, JP2000504068T

Abstract

A rolled, forged or extruded product made of an AlZnMgCu alloy and having a thickness of more than 60 mm, and a composition as follows (in wt %): $5.9 < \text{Zn} < 8.7$, $1.7 < \text{Mg} < 2.5$, $1.4 < \text{Cu} < 2.2$, $\text{Fe} < 0.14$, $\text{Si} < 0.11$, $0.05 < \text{Zr} < 0.15$, $\text{Mn} < 0.02$, $\text{Cr} < 0.02$, with $\text{Mg} + \text{Cu} < 4.1$, other elements < 0.05 each and < 0.10 in total. The product is treated by dissolving, quenching and optionally annealing, and the T7451 and T7452 treated product has the following properties: (a) a quarter-thickness yield strength R0.2 of over 400 MPa in directions L and TL, (b) a planar deformation resistance greater than 26 MPa 2ROOT m in direction S-L, and greater than $74 - 0.08e - 0.07 \text{ R0.2L MPa 2ROOT m}$ in direction L-T (e = thickness in mm), and (c) a stress corrosion threshold higher than 240 MPa. Said products are particularly useful for making structural members for aircraft, and wing spars in particular.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

too high Cu

REVENDECATIONS

1. Produit laminé, filé ou forgé en alliage d'aluminium AlZnMgCu d'épaisseur > 60 mm de composition (% en poids):

$5,9 < \text{hi} < 8,7$

$1,9 < \text{Mg} < 2,5$

$1,5 < \text{Cu} < 2,2$

$\text{Fe} < 0,14$ $\text{Si} < 0,11$

$0,05 < \text{Zr} < 0,12$

$\text{Mn} < 0,02$

$\text{Cr} < 0,02$ avec: $3,5 < \text{Mg} + \text{Cu} < 4,4$ et $\text{Mg} > \text{Cu}$ autres éléments $< 0,05$ chacun et $< 0,10$ au total, ce produit étant traité par mise en solution, trempe et éventuellement revenu et présentant à l'état traité T745 1 ou T7452 les propriétés suivantes: <#s> a) une limite élastique $R_{0,2}$ mesurée à quart-épaisseur > 425 Mpa en sens L et TL, b) une ténacité en déformation plane sens S-L > 26 Mpawm et sens GT $> 41 - 7e/100$ MpaXm (e = épaisseur en mm), c) un seuil de corrosion sous tension > 300 Mpa 2. Produit selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'il présente, entre le quart et la mi-épaisseur, une fraction volumique de grains recristallisés $< 15\%$.

<#s> 3. Produit selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que $\text{Mg} < 2,4\%$.

<#s> 4. Produit selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que $\text{Cu} > 1,65\%$.

5. Produit selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que: $3,6 < \text{Cu} + \text{Mg} < 4,3$.

<#s> 6. Produit selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que son épaisseur est > 125 mm.

7. Produit selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la ténacité en déformation plane sens S-L est > 28 Mpam et sens L-T $> 42 - 7e/100$ Mpawm.

8. Procédé de fabrication d'un produit selon l'une quelconque des revendications précédentes comportant la coulée d'une plaque ou d'une billette, une homogénéisation à une température comprise entre 440 et 4850C , une transformation à chaud en une ou plusieurs étapes par laminage, filage ou forgeage à une température comprise entre 370 et 430C , une mise en solution à une température comprise entre 460 et 4850C , une trempe à l'eau froide ou à une température $< 95\text{C}$, une déformation à température ambiante à un taux $< 5\%$ et éventuellement un revenu 9. Utilisation d'un produit selon l'une des revendications 1 à 7 pour la fabrication d'éléments de structure d'avions.

<#s> 10. Utilisation selon la revendication 9 pour la fabrication de longerons d'aile d'avion.

11. Utilisation d'un produit selon l'une des revendications 1 à 7 traité à l'état T6 ou T7 pour la fabrication de moules d'injection de matières plastiques.

Description

PRODUITS EPAIS EN ALLIAGE ALZNMGCU A PROPRIETES AMELIOREES

Domaine de l'invention

L'invention concerne des produits en alliage d'aluminium du type AlZnMgCu (série 7000 selon la désignation de l'Aluminum Association) d'épaisseur supérieure à 60 mm. Ces produits peuvent être des plaques ou des tôles laminées à chaud, des blocs forgés ou des produits filés. Dans le cas où le produit n'est pas de forme parallélépipédique, on entend par épaisseur la plus petite dimension du produit au moment de la trempe (par exemple le diamètre pour un produit cylindrique).

Etat de la Technique.

Des produits épais laminés, forgés ou filés en alliage d'aluminium de la série 7000 sont utilisés pour produire par découpage, surfacage ou usinage dans la masse des pièces de haute résistance destinées à l'industrie aéronautique, par exemple des éléments de voilure tels que des longerons d'ailes ou des éclisses, ainsi que des éléments de fuselage tels que des cadres, ou des pièces pour la construction mécanique comme des composants de machines-outils ou des moules de matières plastiques.

Ces pièces doivent présenter un ensemble de propriétés souvent contradictoires les unes avec les autres, ce qui oblige à des compromis difficiles dans la définition précise de la composition chimique et de la gamme de transformation des produits utilisés.

En effet, les produits doivent souvent présenter à l'état traité thermiquement à la fois: - une résistance mécanique élevée pour limiter au maximum le poids de métal utilisé, - une tenacité suffisante pour réduire la vitesse de propagation des criques, - une bonne résistance à la fatigue du fait de leur emploi dans des structures soumises à des vibrations ou à des contraintes non constantes dans le temps, - un faible niveau de contraintes résiduelles susceptibles de conduire à des déformations lors de l'usinage de la pièce, - une résistance suffisante à la corrosion sous tension.

De plus, l'alliage doit pouvoir être coulé et transformé dans de bonnes conditions pour conduire à une qualité métallurgique acceptable. La transformation après coulée de la plaque ou de la billette comprend habituellement une homogénéisation, une transformation à chaud par laminage, forgeage ou filage, une mise en solution, une trempe (par exemple par immersion ou pulvérisation à l'aide d'un liquide de trempe), éventuellement un détensionnement par traction à froid ou par compression, une maturation et un revenu.

Le refroidissement au cours de la trempe peut être plus ou moins rapide. On désigne par vitesse de trempe la vitesse moyenne de refroidissement (en °C/s) du produit entre 400 et 280°C. On dit qu'un produit est sensible à la trempe si ses caractéristiques mécaniques décroissent lorsque la vitesse de trempe décroît, ce qui, bien entendu, a plus de chances de se manifester sur des produits épais.

Pour obtenir une résistance mécanique élevée, ainsi qu'une bonne tenacité, on recherche généralement une structure fibrée qu'on obtient en évitant une recristallisation trop importante de l'alliage. Dans ce but, on ajoute à la composition un ou plusieurs éléments dits antirecristallisants tels que Zr, Ti, Cr, Mn, V, Hf ou

Sc. Ainsi, les compositions enregistrées à l'Aluminum Association des alliages 7010 et du 7050 comportent une addition de Zr à des teneurs comprises respectivement entre 0,10 et 0,16%, et entre 0,08 et 0,15%, c'est-à-dire centrées sur 0,14 et 0,12%.

Ceci est bien illustré par l'article récent de DORWARD et al Grain Structure and Quench-Rate Effects on Strength and Toughness of AA7050 AlZnMgCuZr Alloy Plate, Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 26A, pp. 2481-2484, qui indique par exemple, pour du 7050, une teneur Zr + Ti de 0,14% et montre l'effet, pour des tôles d'épaisseur 14 mm réalisées en laboratoire et non détensionnées, de variations extrêmes du taux de recristallisation entre 15 et 80%, sur la limite élastique et la tenacité des tôles à l'état T6. Il montre aussi l'effet de sensibilité à la trempe du 7050 en deçà d'une vitesse de trempe de 20°C/s, qui correspond à la vitesse de trempe de produits d'épaisseur supérieure à 50 mm environ.

Cependant l'ajout d'éléments antirecristallisants présente comme inconvénient important de diminuer l'aptitude du produit à durcir après trempe et revenu, et ce d'autant plus qu'il est plus épais, le durcissement étant plus faible à cœur qu'en surface, entraînant une différence significative des caractéristiques mécaniques.

Ainsi l'article de M. CONSERVA et P. FIORINI Interpretation of Quench Sensitivity in AlZnMgCu alloys Metallurgical Transactions, vol. 4, mars 1973, pp.

857-862, fait mention d'une perte de capacité de durcissement structural, mesuré en terme de densité de zones GP, pour des tôles minces en alliage Al-Zn_{5,5}-Mg_{2,5} Cu_{1,6} avec addition soit de 0,23% de

Cr, soit de 0,22% de Zr, par rapport au même alliage sans ces additions.

Cet article enseigne que le zirconium est plus favorable que le chrome pour limiter la perte de pouvoir durcissant de l'alliage au cours du revenu. Mais même en présence de zirconium, lorsque la vitesse de trempe est de 4°C/s, c'est-à-dire la vitesse de trempe à coeur d'un produit d'environ 200 mm d'épaisseur immergé dans l'eau froide, la chute du pouvoir durcissant est considérable et le zirconium ne permet plus de limiter la sensibilité à la trempe. L'article montre également que, pour la composition testée, même en l'absence de chrome ou de zirconium, on assiste à une chute du pouvoir durcissant pour une vitesse de trempe de l'ordre de 4°C/s.

Les métallurgistes russes ont proposé, pour diminuer la sensibilité à la trempe, l'alliage V93, ou 1930 selon la norme russe GOST 11069, qui ne comporte pas d'éléments antirecristallisants, mais présente une composition très éloignée de celles des alliages 7010 ou 7050, avec en particulier une teneur élevée en fer (entre 0,20 et 0,45%) déléivable à la ténacité et à la résistance à la fatigue.

L'article de FLPL HOLL Investigations into the possibility of reducing quench sensitivity in high-strength AlZnMgCu alloys, Journal of the Institute of Metals, juillet 1969, pp.200-205, fait la même constatation sur la nocivité des éléments Zr, Mn, Cr et V., c'est-à-dire les antirecristallisants, mais aussi de Fe et Si aux puretés commerciales, sur l'aptitude à la trempe. Cela signifie que pour diminuer la sensibilité à la trempe de ces alliages, il faut utiliser des compositions à bas Fe et Si ce qui augmente les coûts de production par rapport aux alliages de pureté commerciale.

En, la demanderesse a effectué un relevé des limites d'élasticité Ro; sens L et TL sur des tôles en alliage 7050 traitées T7451 de différentes épaisseurs destinées à l'industrie aéronautique et a constaté une chute d'environ 0,5 Mpa par mm d'épaisseur supplémentaire. Les figures 1 et 2 montrent la distribution statistique de ces valeurs respectivement pour le sens L et le sens TL. Ces résultats recoupent ceux de l'article de DORWARD et al. mentionné plus haut qui montre, à l'état T6, une chute de l'ordre de 40 Mpa entre des vitesses de trempe de 25°C/s et 80°C/s, qui correspondent approximativement à des vitesses de refroidissement à coeur dans l'eau froide de tôles d'épaisseur respective 50 et 150 mm.

Ainsi l'état de la technique n'indique aucun moyen, pour des produits épais en alliage 7000, permettant à la fois de maîtriser la recristallisation en utilisant du zirconium pour obtenir une résistance et une ténacité élevées et de limiter la sensibilité à la trempe pour disposer de caractéristiques mécaniques homogènes entre la surface et le coeur du produit et éviter la chute de résistance mécanique avec l'épaisseur du produit, surtout si l'on souhaite utiliser des alliages à pureté commerciale en Fe et Si. On sait par ailleurs que pour les alliages 7000 au cuivre, la résistance à la corrosion sous tension se dégrade lorsque la vitesse de trempe diminue, c'est-à-dire lorsque l'épaisseur augmente. Les produits épais en alliages 7000 à cuivre élevé ne sont donc pas une solution envisageable si l'on recherche un bon comportement en corrosion.

But de l'invention

L'invention a pour but de trouver, pour des alliages 7000 au cuivre avec addition de zirconium, un domaine de composition particulier pour des produits épais qui les rende très peu sensibles à la trempe, dans lequel on maîtrise la recristallisation à un niveau filable tout en gardant une pureté commerciale en fer et silicium, et qui conduise à une résistance mécanique et une ténacité élevées, à un bon comportement en fatigue et à des contraintes résiduelles plus faibles, sans effet néfaste sur la résistance à la corrosion sous tension.

Objet de l'invention

L'invention a pour objet un produit laminé, filé ou forgé en alliage AlZnMgCu d'épaisseur > 60 mm, et de préférence > 125 mm, de composition (% en poids): 5,9 < Zn < 8,7

1,9 < Mg < 2,5

1,5 < Cu < 2,2

Fe < 0,14 Si < 0,11

0,05 < Zr < 0,12

Mn < 0,02

Cr < 0,02

avec: 3,5 < Cu + Mg < 4,4 et Cu < Mg autres éléments < 0,05 chacun et < 0,10 au total, ce produit étant, après mise en forme, traité par mise en solution, trempe et éventuellement revenu, et présentant à l'état T745 1 (détensionné par traction contrôlée) ou T7452 (détensionné par compression) les propriétés suivantes: <#s> a) une limite élastique conventionnelle à 0,2% d'allongement Roj mesurée à quart épaisseur en sens L et TL > 425 Mpa, b) une ténacité en déformation plane sens S-L, mesurée à mi-épaisseur, > 26 MPa.m et sens GT, mesurée à quart-épaisseur, > 41 - 7e/100 MPa.m (e étant l'épaisseur du produit en mm), c) un seuil de corrosion sous tension > 300 Mpa,

De préférence, les produits selon l'invention présentent une fraction volumique de grains recristallisés, mesurée dans la partie située entre quart-épaisseur et mi-épaisseur < 15%.

<#s> D'une manière préférentielle, la teneur en Mg est < 2,4%, la teneur en Cu > 1,65% et la somme Cu + Mg comprise entre 3,6 et 4,3%.

La tenacité en déformation plane est de préférence $> 28 \text{ Mpalm}$ dans le sens S-L et $> 42 - 7e/100 \text{ Mpalm}$.

Description des figures

La figure 1 représente la limite élastique à 0,2% Ro2 sens L en fonction de l'épaisseur d'un ensemble de tôles en alliage 7050 à l'état T7451 de l'art antérieur.

La figure 2 représente de la même manière Ro 2 sens TL en fonction de l'épaisseur du même ensemble de tôles.

La figure 3 représente, dans un diagramme Mg-Cu le domaine de composition de l'invention, ainsi que le domaine préférentiel

Description de l'invention

Contrairement à toute attente, et en particulier à l'enseignement de l'article de DORWARD et al. cité plus haut, les inventeurs ont déterminé un domaine de composition d'alliages 7000, contenant du cuivre et du zirconium, avec des teneurs commerciales en fer et silicium, permettant de contrôler la recristallisation, et conduisant, pour des épaisseurs fortes, à une réduction de la sensibilité à la trempe du produit avec l'épaisseur, tout en maintenant une bonne tenacité et une bonne résistance à la corrosion sous tension, avec une gamme de transformation industrielle conventionnelle. Par ailleurs, ce domaine de composition conduit, pour des produits épais où le gradient thermique entre la surface et le cœur entraîne habituellement des contraintes internes élevées, à un niveau de contraintes résiduelles après détensionnement contrôlé (par déformation $< 5\%$ à température ambiante après trempe) très réduit, malgré une trempe violente à l'eau froide par immersion ou pulvérisation, utilisée normalement pour des produits de plus faible épaisseur.

<#s> La teneur en magnésium de l'alliage est réduite par rapport à celle des alliages 7010 ou 7050, puisqu'elle est centrée sur 2,2% au lieu de 2,3%, mais on ne peut descendre au dessous de 1,9% si on veut garder des caractéristiques mécaniques suffisantes. Le cuivre est centré vers 1,9%, ce qui correspond à une augmentation par rapport au 7010, mais une diminution par rapport au 7050. Il est important de maintenir un certain équilibre entre Cu et Mg, tout en gardant la teneur en Mg supérieure à celle en

Cu: si $\text{Cu} + \text{Mg} < 3,8$, on perd trop de l'effet durcissant de ces deux éléments: si $\text{Cu} + \text{Mg} > 4,4$, on ne maîtrise plus aussi bien la recristallisation. Le domaine de composition selon l'invention, ainsi que le domaine préférentiel, est représenté sur un diagramme Mg-Cu à la figure 3.

On utilise principalement, comme élément antirecristallisant le zirconium, en évitant au maximum le manganèse et le chrome qui accroissent la sensibilité à la trempe. La teneur en Zr doit dépasser 0,05% pour agir sur la recristallisation, mais doit rester en dessous de 0,12% pour éviter la sensibilité à la trempe et éviter des problèmes à la coulée. Le fer et le silicium sont à des teneurs équivalentes à celles du 7010 et du 7050.

La gamme d'élaboration du produit selon l'invention est semblable à celle des produits en alliages 7000, par exemple en 7010 et 7050. Elle comprend la coulée d'une plaque ou d'une billette, une homogénéisation à une température comprise entre 450 et 4850C, une transformation à chaud en une ou plusieurs étapes par laminage, filage ou forgeage à une température comprise entre 370 et 4300C et contrôlée pour obtenir le taux de recristallisation désiré, une trempe par immersion ou par pulvérisation, à l'eau froide ou à une température inférieure à 95°C, un détensionnement par déformation à température ambiante (traction contrôlée ou compression) d'un taux inférieur à 5%, et éventuellement un traitement de revenu, pour obtenir par exemple des états T6, T74 ou T76, dans le cas notamment de l'utilisation de ces produits pour les moules de plasturgie..

Exemples

Exemple 1

On a coulé 6 plaques, 3 en alliage 7050 classique, 3 en alliage selon l'invention, ne différant que par la teneur en Mg et Cu, de compositions suivantes:

Za Mg Cu Si Fe Zr

7050 6,1 2,35 2,20 0,05 0,09 0,10

Invention 6,1 2,25 1,68 0,05 ~ 0,09 0,10

Les 6 plaques ont été scalpées, homogénéisées respectivement à 4750C (7050) et 465°C (invention), laminées pour chacun des alliages, l'une à l'épaisseur 130 mm, l'autre à 150 mm et la troisième à 200 mm. Pour les plaques en 7050, les températures d'entrée et de sortie du laminage étaient respectivement de 415 et 435°C; ; pour l'alliage selon l'invention, elles étaient de 410 et 4250C. Les 6 tôles ont mises en solution à 480°C, trempées par immersion dans l'eau froide et tractionnées avec un taux de déformation de l'ordre de 2%.

On a mesuré sur chacune des tôles la limite d'élasticité conventionnelle Ro2 dans les sens L et TL (en

MPa), ainsi que la tenacité K_{ic} sens L-T (en MPa \sqrt{m}) selon la norme ASTM E399 sur des éprouvettes CT. Les résultats sont reportés sur le tableau 1, la tenacité étant comparée à la valeur (41 - 0,07e) Mpa \sqrt{m} , dans laquelle e désigne l'épaisseur de la tôle en mm.

On constate que les tôles en alliage selon l'invention présentent une absence totale de sensibilité à la trempe lorsque l'épaisseur augmente, ce qui n'est pas le cas pour les tôles en 7050 classique, comme cela ressortait déjà des figures 1 et 2. Ainsi, bien que les teneurs en Mg et Cu soient plus faibles, on obtient de manière inattendue, pour ces épaisseurs, une résistance mécanique égale ou supérieure. On constate également une bien meilleure tenacité.

Tableau 1

Epaisseur Rot L Ro.2TL K_{ic} 41 41-0,07e
 130 450 445 29,6 31,9
 7050 150 443 442 28,4 30,5
 200 415 410 24,0 27,0
 130 445 440 37,5 31,9
 Invention 150 443 442 35,8 30,5
 200 448 438 32,6 27,0

Exemple 2

On a coulé 2 alliages dont le premier a une composition selon l'invention et le second est un alliage 7050 classique. Les compositions de ces alliages sont données au tableau 2.

Les plaques coulées ont été homogénéisées autour de 470°C et laminées en 3 passes à l'épaisseur 6 pouces (152 mm), 7,5 pouces (190 mm) ou 8 pouces (203 mm) selon les cas indiqués au tableau 3. Les températures de sortie du laminage sont également indiquées au tableau 3. Les tôles ont été mises en solution à 4800C, trempées par immersion dans l'eau froide et soumises à une traction contrôlée avec un taux de déformation de 2%.

On a mesuré pour chaque couple alliage-épaisseur la limite d'élasticité Ro.2 dans le sens L et TL et la tenacité K_{ic} dans les sens L-T, T-L et S-L selon la norme ASTM E399. On a mesuré également le taux de recristallisation de chacune des tôles au quart-épaisseur et à mi-épaisseur. Cette mesure a été faite sur des échantillons traités T351 traité ensuite 6 h à 1600C, puis polis et attaqués par une solution contenant 84 parties de solution chromique, 15 parties de solution nitrique et 1 partie de solution fluorhydrique, à température ambiante pendant environ h. Le taux de recristallisation a été mesuré par analyse d'image sur des micrographies de ces échantillons, les grains recristallisés apparaissant en clair sur la matrice non recristallisée en sombre. L'ensemble des résultats a été reporté sur le tableau 3.

On constate que les tôles selon l'invention présentent une limite élastique du même ordre ou supérieure à celle du 7050 avec un niveau de tenacité, en particulier dans le sens L-T, plus élevé. En effet, la tenacité L-T de la tôle en alliage n 4 n'atteint pas 30,4 Mpa \sqrt{m} pour l'épaisseur 152 mm, ni 27,7 Mpa \sqrt{m} pour l'épaisseur 190 mm, c'est-à-dire les valeurs correspondant à 41 - 0,07e.

On a mesuré par ailleurs, sur les tôles selon l'invention, des charges de rupture sens TC > 300 Mpa après 30 jours dans une solution de NaCl à 3,5%, avec des cycles d'immersion-émersion de 10 et 50 mn, selon la norme ASTM G 4475 relative à la mesure de la résistance à la corrosion sous tension.

Tableau 2

Alliage Zii Mg Cu Fe Si Zr
 1 6,01 2,26 1,62 0,09 0,04 0,11
 2 6,01 2,28 2,22

Tableau 3

Alliage Epais. Temp. R_{0,2} R_{0,2} K_{ic} K_{ic} Taux Recuis
 n mm sortie L TL L-T T-L S-L 1/4 e e
 1 203 429 441 437 33,5 26,4 29,0 4 8
 ID=9.14>152 425 440 435 33,7 27,4 29,1 6 4
 2 152 427 435 431 28,4 24,8 27,1 42 25
 2 190 435 439 421 26,8 24,2 26,9 38 24